PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

07-062297

(43) Date of publication of application: 07.03.1995

(51)Int.Cl.

C09D183/08 CO9D 5/00 C09D CO9K 3/00

(21)Application number: 05-234246

(71)Applicant: TORAY DOW CORNING

SILICONE CO LTD

(22)Date of filing:

26.08.1993

(72)Inventor: KOBAYASHI HIDEKI

(54) SURFACE-TREATING COMPOSITION

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide a surface-treating composition containing a specific fluorine-containing organic silicon compound or its partial hydrolytic condensation product and a catalyst for the condensation reaction, rapidly curing on the surfaces of substrates, and forming coating films having excellent water repellency, oil repellency and stain resistance.

CONSTITUTION: (A) A fluorine-containing organic silicon compound of the formula (R1 is monovalent hydrocarbon excluding alkenyl groups; R2 is divalent organic group; α is 2, 3; m is an integer of 4-12) [e.g. 2-(perfluorooctyl) ethylsilane] or its partial hydrolytic condensation product, and (B) a catalytic amount of a condensation reaction catalyst (e.g. dibutyl tin diacetate)

$$R^{1}_{(3-a)}$$
 $C_{n}F_{(2n+1)}-R^{2}-S_{1}H_{n}$

RECEIVE

OFFICE OF PETITIONS

are homogeneously mixed in a solvent such as toluene to obtain the objective surfacetreating composition rapidly curing on the surfaces of substrates and capable of forming coating films having excellent water repellency, oil repellency and stain resistance on the surfaces of the substrates.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

* NOTICES *

JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[Industrial Application] About a surface treatment constituent, this invention is promptly hardened on a base material front face in detail, and relates to the surface treatment constituent which can form the coat which has water repellence and oil repellency excellent in the base material front face, and antifouling property.

[0002]

[Description of the Prior Art] It is a well-known technique to give water repellence, oil repellency, and antifouling property to a base material front face with the surface treatment constituent which uses a fluorine-containing organic silicon compound as base resin already. The surface treatment constituent (refer to JP,2-55781,A) which consists of the surface treatment constituent (refer to JP,58-172245,A) which consists of a perfluoroalkyl radical content silane or its partial hydrolysis condensate, and a silane compound, a fluorine-containing organic silicon compound, or its partial hydrolysis condensate and organic peroxide as such a surface treatment constituent, for example, and the surface treatment constituent (refer to JP,2-138286,A, a JP,2-311485,A official report, and JP,3-77892,A) which consists of a perfluoroalkyl radical content silane are proposed.

[0003] However, since the surface treatment constituent proposed by JP,58-172245,A hardened by the hydrolysis condensation reaction of only a silicon atomic union alkoxy group, there was [a problem that the water repellence of the coat which the hardenability on the front face of a base material was inferior, and was formed in the base material front face, oil repellency, and antifouling property were inferior]. Moreover, the surface treatment constituent proposed by JP,2-55781,A had the problem that the strength of the coat with which the base material front face was formed was inferior. Furthermore, it had the problem that the Field of application was limited in order to subgenerate hydrogen halide, in case the surface treatment constituent proposed by JP,2-138286,A, JP,2-311485,A, and JP,3-77892,A processes a base material front face.

[0004]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] this invention person reached this invention, as a result of inquiring wholeheartedly, in order to solve the above-mentioned problem.

[0005] That is, the purpose of this invention is to harden promptly on a base material front face, and offer the surface treatment constituent which can form the coat which has water repellence and oil repellency excellent in the base material front face, and antifouling property.

[Means for Solving the Problem and its Function] This invention is the (A) general formula. : [Formula 2]

$$R^{1}_{(3-a)}$$
 $C_{n}F_{(2m+1)} - R^{2} - S_{i}H_{a}$

(-- R1 is a monovalence hydrocarbon group except an alkenyl radical among a formula, R2 is a bivalence organic radical, a is 2 or 3, and m is the integer of 4-12.) -- it is related with the surface treatment constituent which consists of the fluorine-containing organic silicon compound expressed or its partial hydrolysis condensate, and a catalyst for (B) condensation reactions of the amount of catalysts.

[0007] The surface treatment constituent of this invention is explained to a detail.

[0008] (A) A fluorine-containing organic silicon compound is base resin of this constituent, and is a general formula. : [Formula 3]

$$R^{1}_{(3-a)}$$
 $C_{m}F_{(2m+1)}-R^{2}-S_{i}H_{a}$

It is come out and expressed. Among an upper type, it is a monovalence hydrocarbon group except an alkenyl radical, and aralkyl radicals, such as aryl group; benzyls, such as alkyl group; phenyl groups, such as a methyl group, an ethyl group, a propyl group, butyl, and a pentyl radical, a tolyl group, and a xylyl group, and a phenethyl radical, are illustrated, and, specifically, R1 is a methyl group and a phenyl group preferably. Moreover, among an upper type, it is a bivalence organic radical, and arylene oxyalkylene groups, such as arylene alkylene group; phenylene oxyethylene radicals, such as alkyleneoxy alkylene group; phenylene ethylene, such as alkylene group; methylene oxyethylene radicals, such as ethylene, a methyl methylene group, a propylene radical, and a butylene radical, a methylene oxypropylene radical, and an ethyleneoxy propylene radical, a phenylene propylene radical, and a phenylene butylene radical, and a phenyleneoxy propylene radical, are illustrated, and, specifically, R2 is ethylene and a propylene radical preferably.

[0009] Moreover, a is 2 or 3 among an upper type, when a is 2, the (A) component is a dihydrogen silane containing a fluorine-containing organic radical, and when a is 3, the (A) component is a trihydrogen silane containing a fluorine-containing organic radical. Moreover, among an upper type, m is the integer of 4-12 and is 4, 6, 8, and 12 preferably. The fluorine-containing organic silicon compound whose m of this is less than four is because surface tension, chemical resistance, and water-repellent oil repellency are inferior compared with the fluorine-containing organic silicon compound of the (A) component, and the fluorine-containing organic silicon compound which has m [good] for 12 is because the handling becomes difficult and the application is limited.

[0010] moreover, in the fluorine-containing organic radical in the (A) component, especially the configuration of a perfluoroalkyl radical expressed with general formula:CmF(2m+1)- is limited -- not having -- for example, the shape of a straight chain and the letter of branching -- it has the shape of a straight chain which has branching a part, and is a straight chain-like preferably.

[0011] Specifically, the fluorine-containing organic silicon compound expressed with a bottom type is illustrated as a fluorine-containing organic silicon compound of such a (A) component. C4F9C2H4SiH3C6F13C3H6SiH3C8F17C2H4SiH3C4F9C2H4Si(CH3)H2C6F13C2H4Si(CH3) H2C8F17C2H4Si(CH3)

H2C4F9CH2OC2H4SiH3C6F13CH2OC3H6SiH3C8F17C2H4OC2H4SiH3C4F9CH2OC2H4Si(CH3) H2C6F13CH2OC2H4Si(CH3)H2C8F17CH2OC2H4Si(CH3)H2 [0012] (A) Especially the gestalt of a component is not limited, for example, has the shape of liquefied or WAKKU at a room temperature. (A) Since it has at least two silicon atomic union hydrogen atoms in a molecule while the handling is easy for a component, it has the description that the reactivity is very large. Moreover, since the (A) component has large reactivity, a part of silicon atomic union hydrogen atom in the (A) component can also use a hydrolysis reaction and the thing which carried out the condensation reaction, unless the purpose of this invention is spoiled.

[0013] Especially the manufacture approach of such a (A) component is not limited. For example, the

(A) component Trichlorosilane, An organic silicon compound and formulas, such as a TORIBUROMO silane, methyl dichlorosilane, ethyldichlorosilane, propyl dichlorosilane, phenyl dichlorosilane, a methyl dibromo silane, an ethyl dibromo silane, a propyl dibromo silane, and a phenyl dibromo silane: It is expressed with C4F9 CH=CH2C6F13CH2 CH=CH2C8F 17 CH=CH2C4F9 CH=CH2C6F 13 CH=CH2C4F9CH2 OCH=CH2C6F13CH2OCH2 CH=CH2C8F17C2H4 OCH=CH2C6F13CH2 OCH=CH2 etc. The addition reaction of the ********* organic compound is carried out under existence of platinum system catalysts, such as an alcoholic solution of chloroplatinic acid and chloroplatinic acid, an olefin complex of platinum, and an alkenyl siloxane complex of platinum. Subsequently, this addition reaction product can be prepared by returning with reducing agents, such as lithium hydride aluminum, sodium hydride aluminum, lithium hydride, aluminum (BH4)3, and a dihydro-screw (methoxyethoxy) sodium aluminate.

[0014] (B) The catalyst for condensation reactions is a catalyst for promoting hardening of this constituent, and is a component for raising the adhesive property of the coat to a base material front face, and, generally can use a compound well-known as a catalyst for condensation reactions. As a component, specifically (B) The complex salt of tetra-alkyl titanate, such as tetra--n-butyl-titanate, and dialkyl titanate, ORGANO siloxy titanate, Dibutyl tin acetate, dibutyltin laurate, dibutyltin dioctoate, OKUTOE **** 1 tin, the 1st tin of a naphthenic acid, the 1st tin of oleic acid, the 1st tin of an isobutyric acid, the 1st tin of linolic acid, the 1st tin of stearin acid, benzole **** 1 tin, the 1st tin of a naphthoic acid, the 1st tin of a lauric acid, O-CHIMU **** 1 tin, the 1st tin of beta-benzoyl propionic acid, the 1st tin of palmitoleic acid, the 1st tin of cinnamic acid, And the tin salt of carboxylic acids, such as the 1st tin salt of a phenylacetic acid, and the iron salt of these carboxylic acids, manganese salt, or cobalt salt is illustrated.

[0015] In the constituent of this invention, especially although the loadings of the (B) component are the amount of catalysts and it is not limited especially, it is desirable that it is the range of 0.01 - 20 weight section to the (A) component 100 weight section. This is for the hardenability of a constituent to fall gradually that the loadings of the (B) component are under the 0.01 weight section to the (A) component 100 weight section, and when this surpasses 20 weight sections, it is for the reinforcement of a coat to come to fall gradually.

[0016] The constituent of this invention can be prepared by blending the (A) component and the (B) component with homogeneity. Moreover, in using the constituent of this invention, this can be used as an organic solution mold or an aquosity emulsion mold. In order to use the constituent of this invention as an organic solution mold, organic solvents, such as aromatic hydrocarbon system solvents, such as aliphatic hydrocarbon system solvent; toluene, such as ketone system solvent; hexanes, such as ether system solvent; methyl ethyl ketones, such as wood ether, diethylether, and a tetrahydrofuran, and methyl isobutyl ketone, and a heptane, and a xylene, can be blended as a component of arbitration. Moreover, in order to use the constituent of this invention as an aquosity emulsion mold, various kinds of surfactants can be blended besides water as a component of arbitration.

[0017] Especially the base material that can apply the constituent of this invention is not limited. For example Minerals powder, such as silica impalpable powder, titanium oxide powder, aluminum oxide powder, ferrous oxide, a zinc oxide, a calcium carbonate, a carbonic acid zirconium, and zinc carbonate; Polyester resin powder, polycarbonate resin powder, polystyrene resin, acrylic resin powder, methacrylic resin powder, Glass plates, such as organic resin powder; soda glass, such as the Nylon powder, fluororesin powder, and silicone resin powder, heat reflective glass, glass for automobiles, glass for vessels, and glass for aircrafts; Metal plate [, such as copper, iron, stainless steel, aluminum and zinc,]; Papers, such as paper of fine quality and a straw Japanese writing paper; synthetic-resin films, such as polyester resin, polycarbonate resin, polystyrene resin, and acrylic resin, cloth, RAMIKKU, plastics, paper, a natural fiber, a synthetic fiber, fiber, and cloth are mentioned.

[0018] Moreover, especially the method of processing a base material front face using the constituent of this invention can form in a base material front face the coat which has water repellence, oil repellency, and antifouling property by not being limited, for example, mentioning a DIP, a spray coating cloth, and

brush coating, removing the organic solvent or water which used this constituent for the base material front face after applying to homogeneity under ordinary temperature or heating, and subsequently stiffening this constituent under ordinary temperature or heating. Especially the conditions that form a coat in a base material front face are not limited, for example, are 50-150 degrees C in heating temperature, and it is desirable to heat for 20 seconds to 3 hours.

[0019] Thus, the surface tension of the obtained coat is low, and it has the outstanding water repellence and oil repellency, and antifouling property. Moreover, when the constituent of this invention processes a natural fiber and a synthetic fiber by this, the durability of water repellence, oil repellency, and antifouling property is excellent, and the processed fiber has the description that flexibility is excellent. [0020]

[Example] An example explains the surface treatment constituent of this invention to a detail. The contact angle was measured by the sessile drop method in the room temperature (22 degrees C) using the contact angle meter by consonance surface chemistry incorporated company. It asked for the average of five contact angles on a coat as a contact angle of this coat.

[0021]

[Example 1]

Formula: C8F17C2H4 2-(perfluoro octyl) ethyl silane 10g expressed with SiH3, dibutyl tin diacetate 0.02g, and toluene 100g were mixed to homogeneity, and the surface treatment constituent of this invention was prepared. This constituent was applied to homogeneity on the smooth glass plate, and this was air-dried at the room temperature for 1 hour. Then, this was heated at 150 degrees C for 1 hour, and the coat was formed on the glass plate. The contact angle of this coat was measured. Consequently, the contact angle over water was 120 degrees, and the contact angle over hexadecane was 70 degrees. [0022] After extracting that the coating weight of the silicon of this cloth becomes 0.4% after carrying out the dipping of the cloth used 100% of polyester finished yarn for 10 seconds to this constituent, it was air-dry at the room temperature. Then, this cloth was heated for 3 minutes at 150 degrees C, and the coat was formed in the cloth front face. When water and salad oil were dropped at this cloth, it was checked that these crawling is very good and the flexibility of cloth is also still better. [0023]

Example 2]

Formula: C4F9C2H4 2-(perfluoro butyl) ethyl silane 10g expressed with SiH3, dibutyl tin diacetate 0.02g, and hexane 100g were mixed to homogeneity, and the surface treatment constituent of this invention was prepared. This constituent was applied to homogeneity on the smooth glass plate, and this was air-dried at the room temperature for 1 hour. Then, this was heated at 150 degrees C for 1 hour, and the coat was formed on the glass plate. The contact angle of this coat was measured like the example 1. Consequently, the contact angle over water was 118 degrees, and the contact angle over hexadecane was 69 degrees.

[0024] After extracting that the coating weight of the silicon of this cloth becomes 0.4% after carrying out the dipping of the cloth used 100% of polyester finished yarn for 10 seconds to this constituent, it was air-dry at the room temperature. Then, this cloth was heated for 3 minutes at 150 degrees C, and the coat was formed in the cloth front face. When water and salad oil were dropped at this cloth, it was checked that these crawling is very good and the flexibility of cloth is also still better. [0025]

[Effect of the Invention] The surface treatment constituent of this invention is promptly hardened on a base material front face, and it has the description that the coat which has water repellence and oil repellency excellent in the base material front face, and antifouling property can be formed.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]
[Claim 1] (A) General formula: [Formula 1] $R^{1}_{(3-a)}$ $C_{n}F_{(2n+1)}-R^{2}-S_{i}H_{a}$

(R1 is a monovalence hydrocarbon group except an alkenyl radical among a formula, R2 is a bivalence organic radical, a is 2 or 3, and m is the integer of 4-12.) The surface treatment constituent which consists of the fluorine-containing organic silicon compound expressed or its partial hydrolysis condensate, and a catalyst for (B) condensation reactions of the amount of catalysts.

[Translation done.]

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平7-62297

(43)公開日 平成7年(1995)3月7日

C 0 9 K 3/00 1 1 2 F 3/18 1 0 4 審査請求 未請求 請求項の数1 F D (全 4 頁) (21)出願番号 特願平5-234246 (71)出願人 000110077 東レ・ダウコーニング・シリコーン株式会 社 東京都中央区日本橋室町2丁目3番16号 (72)発明者 小林 秀樹 千葉県市原市千種海岸2番2 東レ・ダウコーニング・シリコーン株式会社研究開発 本部内	(51) Int.Cl. ⁰ C 0 9 D 183/08 5/00 5/08		識別記号 PMV PPG PPZ	庁内整理番号	理 番号 FI	技術表示箇所
東レ・ダウコーニング・シリコーン株式会社 東京都中央区日本橋室町2丁目3番16号 (72)発明者 小林 秀樹 千葉県市原市千種海岸2番2 東レ・ダウコーニング・シリコーン株式会社研究開発 本部内	C09K		-		審査請求	未請求 請求項の数1 FD (全 4 頁)
(22)出願日 平成5年(1993) 8月26日 社 東京都中央区日本橋室町2丁目3番16号 (72)発明者 小林 秀樹 千葉県市原市千種海岸2番2 東レ・ダウコーニング・シリコーン株式会社研究開発本部内	(21)出願番号		特願平5-234246		(71)出顧人	東レ・ダウコーニング・シリコーン株式会 社
(72)発明者 小林 秀樹 千葉県市原市千種海岸2番2 東レ・ダウ コーニング・シリコーン株式会社研究開発 本部内	(22)出顧日					
		· . ·			(72)発明者	小林 秀樹 千葉県市原市千種海岸2番2 東レ・ダウ コーニング・シリコーン株式会社研究開発
			·			

(54) 【発明の名称】 表面処理組成物

(57)【要約】

【目的】 基材表面で速やかに硬化して、基材表面に優れた揺水性、揺油性および防汚性を有する被膜を形成することができる表面処理組成物を提供する。

【構成】 (A)一般式: 【化1】

$$R^{1}_{(3-a)}$$
 $C_{m}F_{(2m+1)}-R^{2}-S_{i}H_{a}$

(式中、 R^1 はアルケニル基を除く一価炭化水素基であり、 R^2 は二価有機基であり、aは2または3であり、mは $4\sim1$ 2の整数である。)で表される含フッ素有機ケイ素化合物またはその部分加水分解縮合物および触媒量の(B)縮合反応用触媒からなる表面処理組成物。

2/25/05, EAST Version: 2.0.1.4

10

【特許請求の範囲】 【請求項1】 (A)一般式: 【化1】

$$R^{1}_{(3-a)}$$
 $C_{n}F_{(2n+1)}-R^{2}-S_{i}H_{a}$

(式中、R1はアルケニル基を除く一価炭化水素基であ り、R²は二価有機基であり、aは2または3であり、 mは4~12の整数である。)で表される含フッ素有機 ケイ素化合物またはその部分加水分解縮合物および触媒 量の(B)縮合反応用触媒からなる表面処理組成物。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【産業上の利用分野】本発明は表面処理組成物に関し、 詳しくは、基材表面で速やかに硬化して、基材表面に優 れた廃水性、廃油性および防汚性を有する被膜を形成す ることができる表面処理組成物に関する。

[0002]

【従来の技術】含フッ素有機ケイ素化合物を主剤とする 表面処理組成物により、基材表面に飛水性、挽油性およ び防汚性を付与することは既に周知の技術である。この ような表面処理組成物としては、例えば、パーフルオロ アルキル基含有シランもしくはその部分加水分解縮合物 とシラン化合物からなる表面処理組成物(特開昭58-172245号公報参照)、含フッ素有機ケイ素化合物 またはその部分加水分解縮合物と有機過酸化物からなる 表面処理組成物(特開平2-55781号公報参照)、 パーフルオロアルキル基含有シランからなる表面処理組 成物(特開平2-138286号公報、特開平2-31 1485公報および特開平3-77892号公報参照) が提案されている。

【0003】しかし、特開昭58-172245号によ り提案された表面処理組成物は、ケイ素原子結合アルコ キシ基のみの加水分解縮合反応により硬化するため、基 材表面での硬化性が劣り、また基材表面に形成された被 膜の飛水性、焼油性および防汚性が劣っているという問 題があった。また、特開平2-55781号により提案 された表面処理組成物は、基材表面の形成された被膜の 耐久力が劣っているという問題があった。さらに、特開 平2-138286号、特開平2-311485号およ び特開平3-77892号により提案された表面処理組 成物は、基材表面を処理する際にハロゲン化水素を副生 成するため、その適用分野が限定されるという問題があ った。

[0004]

【発明が解決しようとする課題】本発明者は、上記問題 を解決するため鋭意検討した結果、本発明に到達した。

やかに硬化して、基材表面に優れた挽水性、挽油性およ び防汚性を有する被膜を形成することができる表面処理 組成物を提供することにある。

2

[0006]

【課題を解決するための手段およびその作用】本発明 は、(A)一般式:

【化2】

$$R^{1}_{(3-a)}$$
 $C_{n}F_{(2n+1)}-R^{2}-S_{i}H_{a}$

(式中、R1はアルケニル基を除く一価炭化水素基であ り、R²は二価有機基であり、aは2または3であり、 mは4~12の整数である。)で表される含フッ素有機 ケイ素化合物またはその部分加水分解縮合物および触媒 量の(B)縮合反応用触媒からなる表面処理組成物に関す

【0007】本発明の表面処理組成物について詳細に説 20 明する。

【0008】(A)含フッ素有機ケイ素化合物は本組成物 の主剤であり、一般式:

【化3】

$$R^{1}_{(3-a)}$$
 $C_{n}F_{(2n+1)}-R^{2}-S_{i}H_{a}$

で表される。上式中、R1はアルケニル基を除く一価炭 化水素基であり、具体的には、メチル基、エチル基、プ ロピル基、ブチル基、ペンチル基等のアルキル基;フェ ニル基,トリル基,キシリル基等のアリール基;ベンジ ル基、フェネチル基等のアラルキル基が例示され、好ま しくはメチル基、フェニル基である。また、上式中、R 2は二価有機基であり、具体的には、エチレン基、メチ ルメチレン基、プロピレン基、ブチレン基等のアルキレ ン基 : メチレンオキシエチレン基, メチレンオキシプロ ピレン基、エチレンオキシプロピレン基等のアルキレン オキシアルキレン基;フェニレンエチレン基,フェニレ ンプロピレン基、フェニレンブチレン基等のアリーレン アルキレン基;フェニレンオキシエチレン基,フェニレ ンオキシプロピレン基等のアリーレンオキシアルキレン 基が例示され、好ましくはエチレン基およびプロピレン 基である。

【0009】また、上式中、aは2または3であり、a が2のとき、(A)成分は含フッ素有機基を含有するジハ イドロジェンシランであり、aが3のとき、(A)成分は 含フッ素有機基を含有するトリハイドロジェンシランで ある。また、上式中、mは4~12の整数であり、好ま 【0005】すなわち、本発明の目的は、基材表面で速 50 しくは4、6、8、12である。これは、mが4未満で

2/25/05, EAST Version: 2.0.1.4

ある含フッ素有機ケイ素化合物は、表面張力、耐薬品性、撓水溌油性が(A)成分の含フッ素有機ケイ素化合物に比べて劣るためであり、またmが12をこえる含フッ素有機ケイ素化合物は、その取扱が困難となり、またその用途が限定されるためである。

【0010】また、(A)成分中の含フッ素有機基において、一般式:

 $C_m F_{(2m+1)} -$

で表されるパーフルオロアルキル基の形状は特に限定されず、例えば、直鎖状、分岐状、一部分岐を有する直鎖 状であり、好ましくは直鎖状である。

【0011】このような(A)成分の含フッ素有機ケイ素 化合物として具体的には、下式で表される含フッ素有機 ケイ素化合物が例示される。

C4 F9 C2 H4 S i H3

C6 F13 C3 H6 S i H3

C8 F17 C2 H4 S i H3

C4 F9 C2 H4 Si (CH3) H2

C6F13C2H4Si (CH3) H2

C8F17C2H4Si (CH3)H2

C4 F9 CH2 OC2 H4 S i H3

C6 F13 C H2 O C3 H6 S i H3

C8 F17 C2 H4 OC2 H4 S i H3

C4F9CH2OC2H4Si(CH3)H2

C6F13CH2OC2H4Si (CH3)H2

C8 F17 C H2 O C2 H4 S i (C H3) H2

【0012】(A)成分の形態は特に限定されず、例えば、室温で液状またはワック状である。(A)成分は、その取扱いが容易である一方、分子中に少なくとも2個のケイ素原子結合水素原子を有するため、その反応性が非30常に大きいという特徴を有する。また、(A)成分は、反応性が大きいため、(A)成分中のケイ素原子結合水素原子の一部が加水分解反応および縮合反応したものも、本発明の目的を損なわない限り使用することができる。

【0013】このような(A)成分の製造方法は特に限定されず、例えば、(A)成分は、トリクロロシラン、トリブロモシラン、メチルジクロロシラン、エチルジクロロシラン、プロピルジブロモシラン、エチルジブロモシラン、プロピルジブロモシラン、フェニルジブロモシラン等の 40 有機ケイ素化合物と式:

 $C_4 F_9 C H = C H_2$

C6 F13 C H2 C H = C H2

 $C_8 F_{17} C H = C H_2$

 $C_4 F_9 CH = CH_2$

C6F13CH=CH2

 $C_4 F_9 C H_2 O C H = C H_2$

C6 F13 C H2 O C H2 C H = C H2

 $C_8 F_{17} C_2 H_4 OCH = CH_2$

 $C_6F_{13}CH_2OCH=CH_2$

等で表される含フッ素有機化合物を、塩化白金酸,塩化白金酸のアルコール溶液,白金のオレフィン錯体,白金のアルケニルシロキサン錯体等の白金系触媒の存在下で付加反応させて、次いでこの付加反応生成物を、水素化リチウムアルミニウム、水素化リチウム, A1(BH4)3、ジヒドロービス(メトキシエトキシ)アルミン酸ナトリウム等の還元剤

【0014】(B)縮合反応用触媒は本組成物の硬化を促

により還元することにより調製することができる。

10 進するための触媒であり、また基材表面に対する被膜の接着性を向上させるための成分であり、一般に縮合反応用触媒として公知の化合物を使用することができる。(B)成分として具体的には、テトラーnーブチルーチタネート等のテトラアルキルチタネート、ジアルキルチタネートの錯塩、オルガノシロキシチタネート、ジブチル錫アセテート、ジブチル錫ラウレート、ジブチル錫ジオクトエート、オクトエ酸第1錫、ナフテン酸第1錫、イソ酪酸第1錫、ナフトエ酸第1錫、イン酸第1錫、イン水が一ル酸第1錫、カーベンゾイルプロピオン酸第1錫、〇ーチム酸第1錫、βーベンゾイルプロピオン酸第1錫、クロトン酸第1錫、βーベンゾイルプロピオン酸第1錫、及びフェニル酢酸の第1錫に等のカルボン酸の錫塩およびこれらカルボン酸の鉄

【0015】本発明の組成物において、(B)成分の配合量は触媒量であり、特に限定されないが、特に、(A)成分100重量部に対して、0.01~20重量部の範囲であることが好ましい。これは、(B)成分の配合量が、(A)成分100重量部に対して0.01重量部未満であると、組成物の硬化性が徐々に低下するためであり、またこれが20重量部をこえると被膜の強度が徐々に低下するようになるためである。

塩、マンガン塩もしくはコバルト塩が例示される。

【0016】本発明の組成物は(A)成分および(B)成分を均一に配合することにより調製することができる。また、本発明の組成物を使用するにあたり、これを有機溶液型または水性エマルジョン型として用いることができる。本発明の組成物を有機溶液型として用いるためには、任意の成分として、ジメチルエーテル、ジエチルエーテル、テトラヒドロフラン等のエーテル系溶媒;メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン等のケトン系溶媒;ヘキサン、ヘプタン等の脂肪族炭化水素系溶媒等の有機溶剤を配合することができる。また、本発明の組成物を水性エマルジョン型として用いるためには、任意の成分として、水の他に各種の界面活性剤を配合することができる。

【0017】本発明の組成物を適用することができる基 材は特に限定されず、例えば、シリカ微粉末、酸化チタ 50 ン粉末、酸化アルミニウム粉末、酸化鉄、酸化亜鉛、炭

酸カルシウム、炭酸ジルコニウム、炭酸亜鉛等の無機質 粉末:ポリエステル樹脂粉末,ポリカーボネート樹脂粉 末、ポリスチレン樹脂、アクリル樹脂粉末、メタクリル 樹脂粉末、ナイロン樹脂粉末、フッ素樹脂粉末、シリコ 一ン樹脂粉末等の有機樹脂粉末;ソーダガラス,熱線反 射ガラス、自動車用ガラス、船舶用ガラス、航空機用ガ ラス等のガラス板;銅,鉄,ステンレススチール,アル ミニウム、亜鉛等の金属板;上質紙、藁半紙等の紙;ポ リエステル樹脂、ポリカーボネート樹脂、ポリスチレン 樹脂、アクリル樹脂等の合成樹脂フィルム、布、ラミッ ク,プラスチック,紙,天然繊維,合成繊維,繊維,布 が挙げられる。

【0018】また、本発明の組成物を用いて基材表面を 処理する方法は特に限定されず、例えば、ディップ、ス プレー塗布、刷毛塗りが挙げられ、この組成物を基材表 面に均一に塗布後は、用いた有機溶媒もしくは水を常温 もしくは加熱下で除去し、次いで、常温もしくは加熱下 でこの組成物を硬化させることにより、基材表面に挩水 性、廃油性および防汚性を有する被膜を形成することが できる。基材表面に被膜を形成する条件は特に限定され 20 ず、例えば、50~150℃の加熱温度で、20秒~3 時間加熱することが好ましい。

【0019】このようにして得られた被膜は、その表面 張力が低く、優れた溌水性、溌油性および防汚性を有す る。また、本発明の組成物は、これにより天然繊維や合 成繊維を処理した場合には、廃水性、廃油性および防汚 性の持続性が優れ、かつ処理された繊維は柔軟性が優れ るという特徴を有する。

[0020]

に説明する。接触角は、室温(22℃)において、協和 界面化学株式会社製接触角計を用いて、液滴法により測 定した。被膜上の5箇所の接触角の平均をこの被膜の接 触角として求めた。

[0021]

【実施例1】

: た

C8 F17 C2 H4 S i H3

で表される2-(パーフルオロオクチル)エチルシラン 10g、ジブチル錫ジアセテート0.02gおよびトル 40 特徴を有する。 エン100gを均一に混合して本発明の表面処理組成物

を調製した。この組成物を平滑なガラス板上に均一に塗 布し、これを室温で1時間風乾した。その後、これを1 50℃で1時間加熱して、ガラス板上に被膜を形成し た。この被膜の接触角を測定した。その結果、水に対す る接触角は120°であり、ヘキサデカンに対する接触 角は70°であった。

6.

【0022】この組成物に、ポリエステル加工糸100 %用いた布地を10秒間浸せきした後、この布地のケイ 素の付着量が0.4%になるように絞った後、室温で風 乾した。その後、この布地を150℃で3分間加熱し て、布地表面に被膜を形成した。この布地に水およびサ ラダ油を滴下したところ、これらのはじきが極めて良好 であり、さらに布地の柔軟性も良好であることが確認さ れた。

[0023]

【実施例2】

式:

C4F9C2H4SiH3

で表される2- (パーフルオロブチル) エチルシラン1 0g、ジブチル錫ジアセテート0.02gおよびヘキサ ン100gを均一に混合して本発明の表面処理組成物を 調製した。この組成物を平滑なガラス板上に均一に塗布 し、これを室温で1時間風乾した。その後、これを15 0℃で1時間加熱して、ガラス板上に被膜を形成した。 この被膜の接触角を実施例1と同様にして測定した。そ の結果、水に対する接触角は118°であり、ヘキサデ カンに対する接触角は69°であった。

【0024】この組成物に、ポリエステル加工糸100 %用いた布地を10秒間浸せきした後、この布地のケイ 【実施例】本発明の表面処理組成物を実施例により詳細 30 素の付着量が0.4%になるように絞った後、室温で風 乾した。その後、この布地を150℃で3分間加熱し て、布地表面に被膜を形成した。この布地に水およびサ ラダ油を滴下したところ、これらのはじきが極めて良好 であり、さらに布地の柔軟性も良好であることが確認さ れた。

[0025]

【発明の効果】本発明の表面処理組成物は、基材表面で 速やかに硬化して、基材表面に優れた撥水性、撥油性お よび防汚性を有する被膜を形成することができるという